

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 55-058365

(43)Date of publication of application : 01.05.1980

(51)Int.Cl.

C23C 11/08

(21)Application number : 53-132268

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 27.10.1978

(72)Inventor : FUYAMA MORIAKI

URA MITSURU

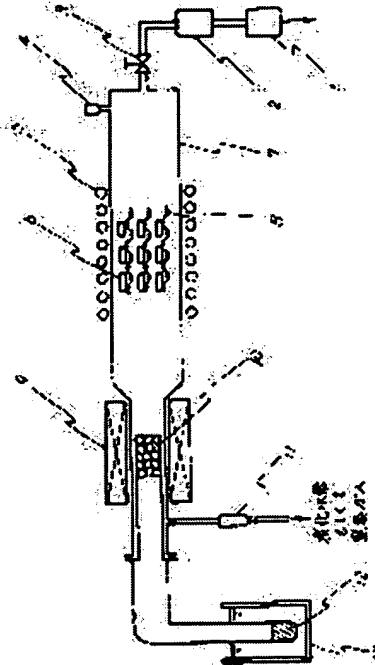
HONDA HARUHIKO

(54) COATING METHOD FOR TITANIUM COMPOUND

(57)Abstract:

PURPOSE: To form Ti compound coating film having a sufficient abrasion resisting property and adhesive strength, by mixing more than one kind of hydrocarbon and N₂ gas with higher Ti iodide and forming Ti compound under a specific condition introducing the above mixed gas on the substrate.

CONSTITUTION: The iodine 12 is heated controlling the temperature of the thermostat 13. A fixed quantity of iodine gas is generated and mixed gas mixed the above iodine gas with reaction gas containing hydrocarbon or N₂ gas, is introduced to the Ti sponge 10 and then, TiI₄ is formed. The above mixed gas is introduced to the substrate 6 made of ultra hard alloy, heated at 800W1200°C and coating film of TiC or TiN or Ti(C,N), is formed on the substrate 6 reacting under less than 0.5 Torr. of reduced pressure.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁 (JP)

④特許出願公開

② 公開特許公報 (A)

昭55—58365

5) Int. Cl.
C 23 C 11/08

識別記号

厅内整理编号
6737-4K

④公開 昭和55年(1980)5月1日

発明の数 1
審査請求 示請求

(全 4 頁)

◎チタン化合物の被覆方法

②特 願 昭53-132268
②出 願 昭53(1978)10月27日
②発明者 虎山盛明
日立市幸町3丁目1番1号株式
会社日立製作所日立研究所内
②発明者 浦満
日立市幸町3丁目1番1号株式

◎發明者 本田晴彦 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号日立金属株式会社内
◎出願人 日立金属株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号
◎代理人 北原大平

明 纸 书

無机の毒物 チタン化合物の毒性方策

中華書局影印

1. 空として高級ヘロゲン化合物を生成し、それ灰
灰化水素ガスとの内、少くとも 1 種のガスを導
入して混合ガスをローティングする基体上に成る
600~1000°C の温度でチタン化合物を $0.5\text{~}1.5$ 分以下の
短圧下で生成することを特徴とするチタン化合物
の製造方法。

ヨウ酸鉄水の塗膜附着において、ヘロゲン化物は主としてヨウ化ナタシウムなることを特徴とするナタシ化の塗装方法。

3. 斜方晶系心材細胞壁において、チタンとヨウ素とを 800~850°C の温度範囲で反応させて立としてセラ化チタンを生成することと考案とするチタン化合物の質量方法。

魚類の詳細な説明

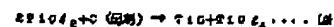
超硬合金、高速度鋼などの切削工具、耐酸性耐
品などとの高耐久性、耐熱性および耐酸化性を
求められる多くの新規機械方程式に関するものである。

酸化マングステンを主成分とし、主としてコバルトで結合した超硬合金属を基材とし、表面に由々より耐摩耗性に富み、高耐久性の被覆層の酸化物、炭化物、氮化物を一層もしくは、それ以上の層にして、3~10ミクロンの厚さで被覆し、いわゆるコーティングチップな、刃材のじん性と表面被覆層の耐摩耗性を兼ねそなえており、切削工具として従来の超硬合金属より優れた初期性能を有し、半精正し、広く使用されている。

この方法は過剰チタンのハロゲン化物（一般式四
塩化チタン）、純化水素（メタンガス）、窒素ガ
スおよび水素ガスを一定の割合で混合し、混合ガ
スをコーティングする基板上に導き、400~1200°C
の圧度を約1~100mbarの圧力下で皮膜を生成するものである。この場合、水素ガスは四塩化チ
タンを還元、メタガスおよび四塩化チタンを
還元する反応を抑制している。また生産技術
上では基板下で水素ガスを使用することとなり、
空気ガリーナして基板に進入した場合発熱の危険
性および反応生成ガス（メタガス）による危険の
度をなどの問題を有する。

一方水素ガスを使用しない方法および非還元性
雰囲気でチタン化合物を得る方法も色々開発され
ておるが、外公図3-1-6850図に示されている。

この方法を化学式で示すと



のようになる。

①式の四塩化チタンをチタン金属で還元し生成

する四塩化チタンを生成することが必要である。こ
れらの方法ではチタシヨーバイド（TiSi）の生成
のための供給源として炭化水素を使用することが
最もしくせいため、図中の反応が簡便とさ
れている。特に高純度では、反応中の反応が既終
され生成ガス量が減少するとSiO量の低下を相
て呼ばれる現象が発生するため上記方法は
好ましくない。ただし外公図3-1-6847の場合はTiSi
被膜を行なったのも、炭化水素を用いながらも基板
の反応を抑制するための技術を行なっている。

本発明は、これらで生じる反応および被膜層の性
能向上について結果研究した結果、H₂ガスを用
いてチタンのヨウ化物と少量の炭化水素を水素
ガスとの混合ガスを調圧下300~1200°Cで反応せ
しめると、被膜でチタンが良く前駆物性にされた
チタニウム化合物を簡単に生成できることを見出
し本発明にいたった。この方法を用いてヨーティ
ングを行なったTiSiコーティングテクノロジは従来の
TiSiヨーティングテクノロジに比較して、耐摩耗性
およびTiSi皮膜のせき止め度を十分であることが分か

った。本発明はこれら上記方法に属するものである。

本発明の目的は、切削用被膜テクノロジの前駆物質
を向上させるため、その表面に、チタン化合物を
コーティングするとところである。また普通化学蒸
着法で用いられるH₂-TiCl₄-CH₄ガスを用いずに、減
圧チタンヨウ化物を生成し、それに炭化水素を主
に水素ガスの内少くとも1種のガスを導入し、減
圧下の状態で、チタン化合物を生成するところに
ある。すなわち四ヨウ化チタンの比Si/Ti=0.1~0.4
(発明)を含む混合ガスを300~1200°Cで調圧された
大気圧上に導き、反応圧力0.076~0.133kPa以下の圧力でチ
タン化合物を生成することによってチタン化合物
を被膜する方法を提供するものである。

以下本発明の実施例とその効果について述べる。外公図
1-1-6850図に示す。本発明の効果は、ヨウ素を導入して、チタニウム
化合物を生成するためのチタンとヨウ素との反応温度が300
~400°Cが適度である。

既する大半の基板加熱法の多く所がある。蒸着や
加熱では、高周波誘導加熱方式を用いているが、
直接加熱方式を用いてよい。

本装置を用いて、例えば、TiSi皮膜を生成する
場合について以下、実例として説明する。

TiSi皮膜を下記に示す。



炭化水素としては、ツメン (Si₄N₄) が用いてあ
る。

同式において、被膜に必要なTiSiを安定に生
成するためのチタンとヨウ素との反応温度が300
~400°Cが適度である。

またSi₄N₄が350°Cを越えると、生成したSi₄N₄と
チタンとが反応を起こし、低量ヨウ化物を生成す
る。低量ヨウ化物は圧縮圧が低いため、被膜が
剥離となり、チタニウム上に層次剥離してくる。した
がって、主被膜ガス (ヨウ化チタン) の沈着量は、
少しきなり、皮膜の第一層をどの程度が生じる。
200°C以下でもTiSiは生成するが、TiSi以外に反

死のコア部が現り、基体上のエクステンダ作用を起こす。また表面硬度も低下し皮膜のヘク基質が水素しくなる。些微された T10,210 の結果から導入された炭化水素（例えば C_6H_{14} アンガス）と共に $800\sim1200^{\circ}C$ で加熱された複合合金上に導かれ反応を起こし、T10 を生成する。この反応式は以下で示される。反応温度 $800^{\circ}C$ 以下では被覆膜の生成速度が遅くなるので一方の開発を得るために時間かかるかわり、生大歯の耐摩耗性を失るために表面をしくなり、 $1400^{\circ}C$ 以上の場合は膜の生成速度は遅いが、柱状組織となり表面が荒れてシラ初回の断面サビングなどを原因となる。

反応圧力が $0.025atm$ 以下の基底の状態で被覆を生成した場合、得られた皮膜は緻密結晶をしており、かつた一被覆膜が離れている。 $0.025atm$ 以上で反応すると均一な緻密結晶が得られず、結晶の異常成長が著しくなり表面が荒れてくる。

得られたマニカル化合物の皮膜の耐摩耗性、電導性、反応速度、T10 および炭化水素もしくはガスの供給量によって左右されることがいうま

特開昭35-58365 (S)

でもある。

実験例 2

例えば耐摩耗性のある T10 皮膜の形成条件を下記に示す。

形成条件 反応温度 $1000^{\circ}C$
反応圧力 $0.025atm$
ガス流量 $0.025ml/min$
ヒヤス流量 $25ml/min$

T10 とマニカルとの反応温度 $300^{\circ}C$ その際の皮膜生成速度は $300\mu m/h$ である。

実験例 3

T10 皮膜の形成条件を下記に示す。

形成条件 反応温度 $950^{\circ}C$
反応圧力 $0.17atm$
ガス流量 $0.025ml/min$
ヒヤス流量 $25ml/min$

T10 とマニカルとの反応温度 $300^{\circ}C$

その際の皮膜生成速度は $250\mu m/h$ である。しかし、反応ガスは窒素以外に CH_4 ガスを用いてもよいが等量の危険があるものでなければ。

7.

8.

実験例 1 の方法で複合合金 (T10) の表面に T10 皮膜を $0.5\mu m$ コーティングしたチップの切削試験を行なった。また比較のために研削の同一グレードで T10 コーティングチップの切削試験も行なった。

切削試験

切削条件 被削材 $SS400$ ($200\times 50\times 60$)
切削速度 $160m/min$
送り $0.3mm/rev$
切込み $2mm$
乾式切削

被削面の試験結果

切削試験結果を表 1 に示す。被削面率が 0.4 以上達した回数を寿命時間とした。

表 1 表

試 料	寿命時間 (min)
本 品 チップ	75
比 較 品 市販 T10 コーティングチップ	70
市販 T10 コーティングチップ	60

本発明品は耐摩耗性に優れていることがわかった。また、本発明チップは密着強度も十分でありなく、サビングもしく正常麻耗であった。

本比較品の表面を T10 コーティングチップ、刃刃ホーニング部分に小さなサビが生じた。

切削試験の初期結果

切削試験の初期結果を表 2 に示す。

本発明 T10 コーティングチップと比較品の T10 コーティングチップとも T10 に対して切削試験を行なった結果、本発明品は、耐摩耗性、耐サビング性とも比較品よりも優れた結果を示した。

被削面の試験結果

表 1 図は本発明に用いた GVD 被覆の断面図、表 2 図は切削試験の被削結果を示す図である。

1：被削板ガング、2：ドリフタブル、3：ペルア
4：炭素カーバ、5：基体加熱用高周波加熱炉、
6：基材、7：基体エッジ、8：アヒータ、
9：ヘアドライヤ、10：アクリル板、11：恒温槽、12：被削側側面、13：ガス漏斗部分。

代理人 北原 大平

10.

